

ALUMINUM NITRIDE SUBSTRATE

Patent Number: JP6048840
Publication date: 1994-02-22
Inventor(s): IMURA RYUICHI; others: 01
Applicant(s): KYOCERA CORP
Requested Patent: ☐ JP6048840
Application Number: JP19920205219 19920731
Priority Number(s):
IPC Classification: C04B35/58; H05K1/03
EC Classification:
Equivalents:

Abstract

PURPOSE: To improve water resistance and chemical resistance by specifying the Ca content in an AlN sintered body essentially comprising AlN and containing Er₂O₃.

CONSTITUTION: AlN source material powder having 1-1.5μm average particle size, 1-1.5wt.% oxygen content, and ≤0.1wt.% metal impurity amt. except for Al is mixed with a powder of oxides of group 3a elements in the periodical table. The mixture is molded and sintered at 1800-2000 deg.C in a nitrogen atmosphere or the like to obtain an AlN sintered body containing 0.5-15wt.% Er₂O₃ and ≤300ppm Ca. If necessary, this sintered body is manufactured as a substrate 1. On the surface of the substrate 1, a metal wiring layer 2 in which 0.5-10wt.% of metal such as W, Cu, etc., or AlN, Al₂O₃ is compounded is formed to 15-20μm thickness, and further a plating layer 3 such as Ni and a plating layer 4 such as Au are formed and sintered to obtain an aluminum nitride substrate having a metal wiring layer.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

JP 6-48840, A

[Title of the Invention]

ALUMINUM NITRIDE-BASED SUBSTRATE

[Abstract]

[Configuration] An aluminum nitride-based substrate comprising an aluminum nitride-based sintered body having aluminum nitride as a main composition and containing 0.5 to 15% by weight (in terms of oxide) of a group IIIa element in the periodical table, wherein an amount of Ca contained in the sintered body is 300 ppm or less in terms of oxide, and a metal wiring layer 2, plating layers 3 and 4 are sequentially formed on the surface of the substrate 1.

[Effect] The substrate can provide improved water resistance, suppressed water absorption, and high chemical resistance to acid and alkali; therefore, it is possible to reduce influence of water, acid and alkali at the time of producing the substrate, expand selectivity of chemicals at production processes, and enhance reliability in production of a semiconductor component and the like.

[Claim]

1. An aluminum nitride-based substrate comprising an aluminum nitride-based sintered body having aluminum nitride as a main composition and containing 0.5 to 15% by weight of Er_2O_3 , wherein an amount of Ca contained in the sintered body is 300 ppm or less.

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Field of the Invention]

The present invention relates to an aluminum nitride-based substrate suitable for an insulating substrate of a package or the like for mounting semiconductor devices thereon and excellent in water resistance and chemical resistance.

[0002]

[Prior Art]

Aluminum nitride has been known as a non-oxidizable ceramic material with high strength similarly to silicon nitride, silicon carbide and the like. On the other hand, it has been expected to be a material excellent in thermal conductivity and its application to a substrate to dispose semiconductor devices thereon has been promoted.

[0003]

The aluminum nitride itself is difficult to be sintered, so that a variety of sintering aids are added to carry out sintering. For example, as sintering aids, a group IIIa element in the periodical table such as Y_2O_3 , an alkaline earth oxide such as CaO are added and firing is carried out at a temperature of 1600 to 1950°C in non-oxidizing atmosphere to obtain such a sintered body.

[0004]

Among the sintering aids, CaO reacts with, for example, Y_2O_3 to lower the liquid phase formation temperature and give a high density sintered body by low temperature sintering; therefore, it is used in many

cases.

[0005]

On the other hand, in the case of producing a substrate to be used for semiconductor parts or the like, a wiring layer is formed by either applying and baking a metallization paste or by a thin film formation method after the surface of the substrate is washed in an alkaline solution of such as NaOH prior to the formation of a metal wiring layer on the surface of an insulating substrate. After that, in some cases, plating may be carried out. In such cases, in order to remove organic substances adhering to the surface before the plating, pretreatment by an alkaline washing agent of mainly NaOH, KOH or the like is carried out.

[0006]

[Problems to be Solved by the Invention]

When a substrate is produced from a conventional CaO-containing aluminum nitride-based sintered body, corrosion is significant when treatment with alkali is carried out as described above and it is found there occurs a problem that the reliability of the wiring on the corroded surface of a package or the like is deteriorated.

[0007]

Further, in the case of keeping an obtained substrate in high temperature atmosphere, water is adsorbed in the surface of the substrate and pseudo-leakage takes place.

[0008]

[Means for Solving the Problems]

Based on the investigations into the causes of the

above-mentioned phenomena, the present inventors have found that compounds which are produced by reaction of a CaO composition contained in a sintered body with AlN or other additives are inferior in chemical resistance. Especially, in a case that they exist mainly in grain boundaries of a sintered body, such phenomena are serious. Accordingly, it is found that such phenomena are solved by controlling the CaO amount to be a prescribed ratio or less.

[0009]

That is, the present invention provides an aluminum nitride-based substrate comprising an aluminum nitride-based sintered body having aluminum nitride as a main composition and containing 0.5 to 15% by weight of Er_2O_3 , wherein an amount of Ca contained in the sintered body is 300 ppm or less.

[0010]

Hereinafter, the configuration of the present invention will be described in detail. A substrate of the present invention contains mainly aluminum nitride and further a group IIIa element in the periodical table as an addition component. The group IIIa element is contained in an amount of 0.5 to 15% by weight in terms of oxide. The group IIIa element-containing compound is an indispensable component to increase the density of a sintered body and when the amount is smaller than 0.5% by weight, it is difficult to increase the density of a sintered body and at the same time the thermal conductivity is decreased. When it exceeds 15% by weight, the thermal conductivity of a sintered body is significantly decreased since the quantity of the grain boundaries in a

sintered body is increased. Noted that it is proposed to obtain a sintered body of an aluminum nitride with a high purity by a method of firing for densification after adding a proper amount of a sintering aid to raw materials and then evaporating the additive. However, according to the present invention, existence of the above-mentioned group IIIa element compound in the above-mentioned range is important to increase the adhesion strength to a wiring layer in the case of using the sintered body as a substrate.

[0011]

In the present invention, examples of the group IIIa element to be used include Sc, Y, Er, Yb, Dy, Ho, Ga, La and the like. In view of chemical resistance and water resistance, Er is most desirable.

[0012]

Further, an aluminum nitride-based substrate according to the present invention may contain compounds of group IVa, Va, VIa, VIIa and VIII elements in the periodical table to the above-mentioned system. They are especially effective to blacken the substrate and examples thereof include Ti, V, Nb, Mo, W, Co and Ni. Especially effective elements among them are Mo and W. They may be contained in a ratio of 0.05 to 1% by weight in a sintered body.

[0013]

It is most important for the aluminum nitride-based substrate according to the present invention to contain Ca in an amount of 300 ppm or less, more preferably 200 ppm or less, in the sintered body. The reasons for the restriction of the Ca amount in the range are as follows.

That is, when the Ca amount exceeds 300 ppm, the chemical resistance and the water resistance of the substrate are significantly deteriorated and the substrate is corroded in a cleaning process in the case of formation of a metallized layer and/or a plating layer on the surface and the surface is roughened and water is easily adsorbed in the substrate surface and pseudo-leakage takes place in a He leakage test and accordingly the reliability of the substrate is considerably deteriorated.

[0014]

Further, the substrate of the present invention may contain a rare earth metal-aluminum compounded oxide such as erbium-aluminate other than aluminum nitride when observed by x-ray diffractometry. In some cases, blackening components can be detected; however, it is required that no alkaline earth-aluminum compounded oxide such as $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ is detected in the case CaO or the like is added.

[0015]

Further, in the case where the aluminum nitride-based substrate of the present invention is used for a semiconductor component, as shown in Fig. 1, a metal wiring layer 2 of a metal such as W, Mo or Cu with a thickness of 15 to 20 μm and optionally containing aluminum nitride, an auxiliary component, or Al_2O_3 in a ratio of 0.5 to 10% by weight may be formed and a plating layer 3 of Ni may be formed on the metal wiring layer 2 and a plating layer 4 of Au may be formed on the plating layer 3.

[0016]

Next, a method for producing the aluminum nitride-based substrate of the present invention involves mixing an oxide powder of a

group IIIA element in the periodical table and, in some cases, the above-mentioned blackening agent in the above-mentioned ratios with the aluminum nitride raw material powder. As the aluminum nitride raw material powder to be used in this case preferably has an average particle diameter of 1 to 1.5 μm , the oxygen content of 1 to 1.5% by weight, and an amount of metal impurities except for Al 0.1% by weight or less and the amount of Ca in the aluminum nitride is preferably 200 ppm or less.

[0017]

It is required to suppress the amount of Ca including one derived from the above-mentioned aluminum nitride powder, the additives and impurities to 300 ppm or less.

[0018]

A mixed powder obtained in such a manner is formed into a prescribed shape by sheet forming method by press-forming, injection forming, extrusion forming and doctor blade method.

[0019]

The formed body obtained as described above is fired at a temperature of 1800 to 2000°C in non-oxidizing atmosphere of nitrogen or the like. When the firing temperature is lower than 1800°C, a dense sintered body cannot be obtained. Whereas, when it exceeds 2000°C, due to the decompose of aluminum nitride, surface of a sintered body is roughened.

[0020]

It is noted that, in the case of producing a substrate bearing a

metal wiring layer, the sintered body obtained by the above-mentioned method is previously sufficiently washed with an alkaline type washing agent and then a metallization paste containing a metal powder of W, Mo, Cu or the like is applied to the surface of the sintered body and baked in N_2 atmosphere or mixed gas atmosphere of N_2 and H_2 . Further, as another method, a metallization paste containing a metal powder of W, Mo or the like is applied to the surface of a formed body and then the formed body and the paste are fired together at 1800 to 1900°C in N_2 atmosphere or mixed gas atmosphere of N_2 and H_2 to form a metal wiring layer.

[0021]

In this case, other than the metal components, aluminum nitride, the above-mentioned auxiliary components or Al_2O_3 may be added in an amount of 0.5 to 10% by weight during the metallization to further increase the strength of the metallized layer.

[0022]

Generally, plating layers of Ni, Au and the like are formed on the metallized layer formed on the surface of the sintered body as described above. In such a case, the aluminum nitride-based substrate on which the metallized layer is formed is washed with alkali or acid and, then, the plating layers are formed by electroplating or electroless plating method.

[0023]

Further, in the case where the metal wiring layer is to be formed by a thin film formation method, after the above-mentioned aluminum nitride-based substrate is washed with acid or alkali, a thin film layer of

Ti, TiW, Cu, NiCr, Pr, Au with a thickness of 0.5 to 10 μm is formed directly on the substrate surface by sputtering or after formation of a resin layer of polyimide or the like and then subjected to etching with an acid to form a wiring layer. In the case that multilayer wiring layers are to be formed, the above-mentioned processes are repeatedly executed.

[0024]

[Operations]

According to the present invention, since the substrate contains a prescribed amount of a compound of a group IIIa in the periodical table element and has an amount of Ca controlled to a prescribed level or less, the corrosion by water in humid atmosphere can be suppressed and the substrate is provided with high chemical resistance to acid or alkali such as NaOH, HF, HCl, H_3PO_4 and the like and the aluminum nitride-based substrate is resistant to corrosion even if the substrate is pre-treated with alkali in the case of plating treatment and the thin film layer on the substrate is etched with acid or the like in the case of forming the metal wiring layer by the thin film formation method. Accordingly, the selectivity to various chemicals in the production processes can be expanded.

[0025]

Further, since the aluminum nitride-based substrate of the present invention has a low water absorption attributed to excellent water resistance, pseudo-leakage in a He leakage test in the case of air-tight sealing in production of a package or the like can be suppressed and the reliability of the substrate as a semiconductor component can be

increased.

[0026]

[Example]

As a raw material powder, an aluminum nitride raw material powder having an average particle diameter of 1 μm , an oxygen content of 1.0% by weight, and an amount of cationic impurities other than Al of 0.1% by weight or less (in the amount, the Ca amount is 200 ppm or less) was mixed with a group IIIa element in the periodical table (purity of 99.9% or more) with an average particle diameter of 0.8 μm shown in Table 1 and other blackening components in the ratios as shown in Table 1 and the resulting mixtures were formed respectively in tablets of 20 mm ϕ by press forming.

[0027]

Each formed body was fired at 1800 to 1900°C in nitrogen for 3 to 5 hours to obtain an aluminum nitride-based sintered body with 99% or more relative density. In order to adjust the Ca amount, CaCO_3 powder was used for properly suppressing the Ca amount in the sintered body.

[0028]

The amount of metals other than Al was measured by ICP emission photospectrometry for each sintered body and the thermal conductivity of each sintered body was measured using a 3 mm-thick sample by laser flush method.

[0029]

(Acid, alkali test)

The weight change before and after a test of immersion each

sintered body in an aqueous 4 N NaOH solution at 70°C for 1 hour was measured.

[0030]

It is noted that, with respect to the samples No.1 and No. 7 within the range of the present invention and a sample No. 4 with the Ca amount out of the range of the present invention, the weight change during the immersion at a room temperature in the above-mentioned test was shown in Fig. 2. Similarly, the weight change in relation to the immersion duration in an aqueous 1 N H₃PO₄ solution (at room temperature) and an aqueous 40% HF solution (at room temperature) are shown in Figs. 3 and 4.

[0031]

(Temperature and humidity cycle test)

A 10 times-repeated cycle test between -10°C and +60°C was carried out in the condition that 10 V bias voltage was applied to the wiring formed on each substrate obtained by forming a 20 µm-thick W layer, a 4 µm-thick Ni layer and a 2 µm-thick Au layer on each aluminum nitride-based sintered body to evaluate occurrence of Ni corrosion in the wiring layer on completion of the test.

[0032]

(He leakage test)

A package produced by using each aluminum nitride-based substrate of the present invention was kept in He atmosphere pressurized to be 60 Psi for 2 hours and then the amount of elements in the cavities of the package was measured.

[0033]

[Table 1]

Sample No.	Substrate composition (% by weight)			Thermal conductivity (W/mK)	Weight change by NaOH (mg/cm ²)	He Leakage test (atm cc/sec)	Temperature and humidity cycle test
	RE ₂ O ₃	Others	CaO (ppm)				
1	Er ₂ O ₃ 10	MoO ₂ 0.5	100	150	4.6	$> 1 \times 10^{-8}$	No corrosion observed
2	Er ₂ O ₃ 10	MoO ₂ 0.5	200	120	5.3	$> 1 \times 10^{-8}$	No corrosion observed
*3	Er ₂ O ₃ 10	MoO ₂ 0.5	500	150	18.3	4×10^{-7}	No corrosion observed
*4	Er ₂ O ₃ 10	MoO ₂ 0.5	1000	120	20.2	8×10^{-7}	Corrosion observed
*5	Er ₂ O ₃ 20	-	200	100	25.1	8×10^{-7}	Corrosion observed
6	Er ₂ O ₃ 15	-	200	140	7.2	$> 1 \times 10^{-8}$	No corrosion observed
7	Er ₂ O ₃ 10	-	200	145	6.8	$> 1 \times 10^{-8}$	No corrosion observed
8	Er ₂ O ₃ 5	-	200	152	7.0	$> 1 \times 10^{-8}$	No corrosion observed
9	Er ₂ O ₃ 1	-	200	147	7.8	$> 1 \times 10^{-8}$	No corrosion observed
10	Er ₂ O ₃ 0.5	-	200	131	8.6	$> 1 \times 10^{-8}$	No corrosion observed
*11	Er ₂ O ₃ 0.1	-	200	80	18.2	4×10^{-7}	No corrosion observed

Samples marked with * sign are out of the scope of the claim of the present invention

[0034]

[Table 2]

Sample No.	Substrate composition (% by weight)			Thermal conductivity (W/mK)	Weight change by NaOH (mg/cm ²)	He Leakage test (atm cc/sec)	Temperature and humidity cycle test
	RE ₂ O ₃	Others	CaO (ppm)				
12	Y ₂ O ₃ 10	MoO ₃ 0.5	200	173	7.2	$> 1 \times 10^{-8}$	No corrosion observed
13	Yb ₂ O ₃ 10	MoO ₃ 0.5	200	158	11.1	$> 1 \times 10^{-8}$	No corrosion observed
14	Ho ₂ O ₃ 10	V ₂ O ₅ 0.5	200	148	12.0	$> 1 \times 10^{-8}$	No corrosion observed
15	Dy ₂ O ₃ 10	Nb ₂ O ₅ 0.5	200	153	10.1	$> 1 \times 10^{-8}$	No corrosion observed
16	Er ₂ O ₃ 10	WO ₃ 0.5	200	164	5.6	$> 1 \times 10^{-8}$	No corrosion observed
17	Er ₂ O ₃ 10	TiO ₂ 0.5	200	150	6.2	$> 1 \times 10^{-8}$	No corrosion observed

[0035]

According to the results shown in Tables 1, 2 and Figs. 2, 4, when the Ca amount exceeds 300 ppm, the chemical resistance was found significantly deteriorated. Further, the thermal conductivity was decreased for the samples No. 5 and No. 11, which were out of the range of the amount of the group IIIa element in the periodical table in the present invention.

[0036]

Meanwhile, any of the samples of the present invention showed a thermal conductivity as high as 130 W/mK or more and high chemical resistance and water resistance as well.

[0037]

[Effect of the Invention]

As described above in detail, an aluminum nitride-based sintered body of the present invention contains a prescribed amount of a group IIIa element compound in the periodical table and has a Ca amount suppressed to a prescribed level or less, so that the water resistance is improved and the sintered body is provided with high chemical resistance to acid or alkali such as NaOH, HF, HCl, H₃PO₄ and the like. Accordingly, the aluminum nitride-based substrate is resistant to corrosion even if the substrate is pre-treated with alkali in the case of plating treatment and a thin film layer on the substrate is etched with acid or the like in the case of forming the metal wiring layer by the thin film formation method; therefore, the substrate is provided with high reliability as a semiconductor component for a package housing

semiconductor devices.

[Brief Description of the Drawings]

Fig. 1 is a cross-sectional view of an embodiment of an aluminum nitride-based substrate of the present invention.

Fig. 2 is a graph showing the relationship between the immersion duration in an aqueous NaOH solution and the weight change of a sample.

Fig. 3 is a graph showing the relationship between the immersion duration in an aqueous H_3PO_4 solution and the weight change of a sample.

Fig. 4 is a graph showing the relationship between the immersion duration in an aqueous HF solution and the weight change of a sample.

[Explanation of Symbols]

- 1 substrate
- 2 metal wiring layer
- 3, 4 plating layer

Translation of the figure

Figs. 2, 3, 4

Lateral axis: WEIGHT DECREASE(Mg)

Horizontal axis: DURATION(Hr.)

[Amendment]

[Claim]

1. An aluminum nitride-based substrate comprising an aluminum nitride-based sintered body having aluminum nitride as a

main composition and containing 0.5 to 15% by weight (in terms of oxide) of a group IIIa element in the periodical table, wherein an amount of Ca contained in the sintered body is 300 ppm or less.

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

文南大3
(11)特許出願公開番号

特開平6-48840

(43)公開日 平成6年(1994)2月22日

(51)Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 35/58	1 0 4 B			
H 0 5 K 1/03		B 7011-4E		

審査請求 未請求 請求項の数1(全 6 頁)

(21)出願番号 特願平4-205219

(22)出願日 平成4年(1992)7月31日

(71)出願人 000006633

京セラ株式会社

京都府京都市山科区東野北井ノ上町5番地の22

(72)発明者 井村 隆一

鹿児島県川内市高城町西町1810番地 京セラ株式会社鹿児島川内工場内

(72)発明者 伊藤 信行

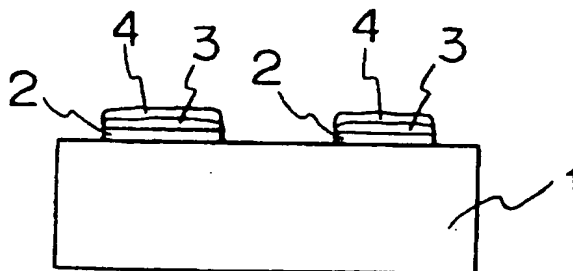
鹿児島県国分市山下町1番1号 京セラ株式会社鹿児島国分工場内

(54)【発明の名称】 窒化アルミニウム質基板

(57)【要約】

【構成】窒化アルミニウムを主成分とし、周期律表第3a族元素を酸化物換算で0.5～15重量%の割合で含有する窒化アルミニウム質焼結体であって、該焼結体中に含まれるCa量が酸化物換算量で300ppm以下であることを特徴とする窒化アルミニウム質基板であり、さらにその基板1の表面に金属配線層2、さらにメッキ層3、4を形成する。

【効果】耐水性を向上し、水分の吸着性を抑制することができ、しかも酸、アルカリに対して高い耐薬品性を付与することができるために、基板の製造における水分、酸、アルカリの影響を低減するとともに、製造工程中の薬品の選択性を拡大することができ、半導体部品などの製造における信頼性を高めることができる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】窒化アルミニウムを主成分とし、Er、O、を0.5~15重量%の割合で含有する窒化アルミニウム質焼結体であって、該焼結体中に含まれるCa量が300ppm以下であることを特徴とする窒化アルミニウム質基板。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、半導体素子等を搭載するパッケージ等の絶縁基板等に適し、耐水性および耐薬品性に優れた窒化アルミニウム質基板に関するものである。

【0002】

【従来技術】窒化アルミニウムは、窒化珪素や炭化珪素等と同様に高強度な非酸化性セラミック材料として知られる一方、高熱伝導性に優れた材料として注目され、例えば、半導体素子を搭載する基板などへの応用が進められている。

【0003】この窒化アルミニウムは、それ自体では難焼結性であることから、各種の焼結助剤を添加して焼成することが行われている。例えば、焼結助剤としてY、O、などの周期律表第3a族元素酸化物や、CaO等のアルカル土類元素の酸化物を添加し、これを非酸化性雰囲気中で1600~1950℃の温度で焼成することにより得られる。

【0004】これらの焼結助剤のうち、CaOは、例えばY、O、と反応して液相生成温度を低下させるために低温焼成により高密度の焼結体を得ることができることから、多用されている。

【0005】一方、半導体部品等に使用される基板を作製する場合には、絶縁基板の表面に金属配線層を形成する前にNaOH等のアルカリ溶液中で基板表面を洗浄した後にメタライズペーストを塗布して焼付けるか、または薄膜法により配線層が形成される。その後、場合によりメッキ処理を行うこともあるが、その場合のメッキ処理を行う前に表面の有機的な付着物を除去するためにNaOH、KOH等を主成分とするアルカリの洗浄剤により前処理が行われる。

【0006】

【発明が解決しようとする問題点】従来のCaOを含む窒化アルミニウム質焼結体により基板を作製すると、前述したようなアルカリにより処理を行った場合に腐食が大きく、これによりパッケージなどの表面が侵され配線間の信頼性が下がるという問題があることがわかった。

【0007】また、得られた基板を高湿度雰囲気中に保持した場合において、基板表面に水分が吸着し、疑似リークが生じるなどの問題があった。

【0008】

【問題点を解決するための手段】本発明者らは、上記の現象についてその原因を調査した結果、焼結体中に含ま

れるCaO成分がAlNまたはその他の添加物との反応により生成される化合物が耐薬品性に弱く、これらが主として焼結体中の粒界に存在する場合において特に顕著であることがわかった。これにより、CaO量を所定の割合以下に制御することにより、上記の問題点が解決されることを見出したものである。

【0009】即ち、本発明の窒化アルミニウム質基板によれば、窒化アルミニウムを主成分とし、周期律表第3a族元素を酸化物換算で0.5~15重量%の割合で含有する窒化アルミニウム質焼結体であって、該焼結体中に含まれるCa量が300ppm以下であることを特徴とするものである。

【0010】以下、本発明の構成を詳述する。本発明の基板は、組成上窒化アルミニウムを主成分とするもので、さらに添加成分として周期律表第3a族元素を含むものである。この周期律表第3a族元素は酸化物換算で0.5~15重量%の割合で含有される。この周期律表第3a族元素化合物は、焼結体の密度を高めるために必須の成分であり、この量が0.5重量%より少ないと焼結体の密度を高めることが難しいとともに熱伝導率も低下する。また、15重量%より多いと、焼結体中の粒界量が多くなるために焼結体の熱伝導率が大きく低下する。なお、原料中に適量助剤を添加した後、焼成して緻密化を図った後に助剤を揮散させて高純度の窒化アルミニウムからなる焼結体を得ることも提案されているが、本発明によれば、上記周期律表第3a族元素化合物の存在は、基板として用いる場合において配線層の密着強度を高めるために上記範囲内で存在することが重要である。

【0011】本発明において、用いられる周期律表第3a族元素としては、Sc、Y、Er、Yb、Dy、Ho、Gd、La等が挙げられるが、耐薬品性、耐水性の観点からErが最も望ましい。

【0012】さらに、本発明の窒化アルミニウム質基板によれば、上記の系に対して、周期律表第4a、5a、6a、7a、8族元素の化合物を添加することもできる。これらは、特に基板を黒色化するのに有効であり、具体的には、Ti、V、Nb、Mo、W、Co、Niなどが挙げられ、これらの中でもMo、Wが特に有効である。これらは焼結体中に0.05~1重量%の割合で含有される。

【0013】本発明の窒化アルミニウム基板によれば、その焼結体中に含まれるCa量が300ppm以下、特に200ppm以下であることが最も重要である。Ca量を上記の範囲に限定したのは、Ca量が300ppmを越えると、基板の耐薬品性および耐水性が大きく劣化し、表面にメタライズ層および/またはメッキ層を形成する場合において洗浄工程中にて基板が浸食し、基板の荒れが生じるとともに基板表面に水分が吸着しやすくなり、Heリーク試験において疑似リークが生じ、基板の

信頼性を大きく損ねる結果となる。

【0014】さらに、本発明の基板はX線回折測定によれば、窒化アルミニウム以外にエルビウム-アルミネートなどの希土類元素アルミニウム複合酸化物を含み、場合により黒色化材成分が検出されるが、CaO等が配合されている場合に検出されるCa、Al、O。などのアルカリ土類アルミニウム複合酸化物は実質上検出されないことが必要である。

【0015】さらに、本発明に窒化アルミニウム質基板を半導体部品などに適用する場合には、図1に示すように、基板1の表面にW、Mo、Cuなどの金属、場合により窒化アルミニウムや助剤成分あるいはAl、O、などを0.5~10重量%の割合で配合した金属配線層2を15~20 μ mの厚みで形成し、さらに金属配線層2上にNiなどからなるメッキ層3、さらにはメッキ層3上にAuなどからなるメッキ層4を形成することもある。

【0016】つぎに、本発明の窒化アルミニウム質基板を作製する方法としては、窒化アルミニウム原料粉末に周期律表第3a族元素の酸化物粉末、場合により前述した黒色化剤を前述した割合で混合する。この時に用いる窒化アルミニウム原料粉末としては、平均粒径が1~1.5 μ m、酸素量が1~1.5重量%、Alを除く金属不純物量が0.1重量%以下であることが望ましいが、特に窒化アルミニウム中に含まれるCa量が200ppm以下であることが望ましい。

【0017】また、上記窒化アルミニウム粉末および添加物やプロセス上の不純物の混入も含め、Ca量が300ppm以下になるように制御することが必要である。

【0018】このようにして得られた混合粉末をプレス成形、射出成形、押し出し成形、ドクターブレード法などのシート成形法により所望の形状に成形する。

【0019】上記のようにして得られた成形体は窒素などの非酸化性雰囲気中で1800~2000℃の温度で焼成する。この時の焼成温度が1800℃より低いと緻密な焼結体を得ることができず、2000℃を越えると窒化アルミニウムの分解が生じ、焼結体の表面に荒れが生じる。

【0020】なお、金属配線層が形成された基板を作製する場合には、上記の方法により得られた焼結体を予めアルカリ系洗浄剤で十分に洗浄した後、焼結体の表面にW、Mo、Cuなどからなる金属粉末を含むメタライズペーストを塗布し、これをN₂、雰囲気中またはN₂とH₂との混合雰囲気中で焼き付けることにより得ることができる。また、他の方法としては、成形体の表面にWやMo等のなどの金属粉末を含むメタライズペーストを塗布し、これをこれを成形体とともにN₂、雰囲気中またはN₂とH₂との混合雰囲気中で1800~1900℃の温度で同時に焼成することにより得られる。

【0021】なお、この時メタライズ中に金属成分以外

に窒化アルミニウムや前述した助剤成分またはAl、O、などを0.5~10重量%の割合で混入させてメタライズ強度をさらに高めることができる。

【0022】通常、上記のようにして焼結体表面に形成されたメタライズ層上にはNi、Auなどのメッキ層を形成する。その場合には、メタライズ層を形成した窒化アルミニウム質基板をアルカリや酸中で洗浄した後、電解メッキまたは無電解メッキ法により形成される。

【0023】さらに、薄膜法により金属配線層を形成する場合には、前述した窒化アルミニウム基板を酸やアルカリで洗浄処理した後、この基板表面に直接、あるいはポリイミドなどの樹脂層を形成した後、スパッタリング法などにより0.5~10 μ mの厚みのTi、TiW、Cu、NiCr、Pr、Auなどからなる薄膜層を形成し、酸などでエッチングを行って配線層を形成することができ、多層配線層を形成する場合には、上記工程を繰り返すことにより得ることができる。

【0024】

【作用】本発明によれば、基板中に周期律表第3a族元素化合物を所定を含むとともに、Ca量を所定量以下に制御することにより、湿度雰囲気中での水分による浸食を抑制するとともに、基板のNaOH、HF、HCl、H₃PO₄などの酸、アルカリに対して高い耐薬品性を付与することができるために、例えば基板上にメッキ処理を行う際のアルカリによる前処理、あるいは薄膜法により金属配線層を形成する際の基板の酸などによる薄膜層のエッチングなどをおこなっても窒化アルミニウム質基板が浸食されることがなく、製造工程における各種薬品に対する選択性を拡大することができる。

【0025】また、本発明の窒化アルミニウム質基板は、耐水性に優れることに起因して水分の吸着性が小さいために、パッケージ等の製造において気密封止する場合のHeリーク試験での疑似リークの発生を抑制し、半導体部品としての信頼性を高めることができる。

【0026】

【実施例】原料粉末として平均粒径が1 μ m、酸素量1.0重量%、Al以外の陽イオン不純物量0.1重量%以下（うち、Ca量200ppm以下）の窒化アルミニウム原料粉末と、表1に示す平均粒径が0.8 μ mの周期律表第3a族元素酸化物（純度99.9%以上）、その他黒色化成分を表1の割合となるように秤量混合し、これをプレス成形により20mm ϕ のタブレットの形状に成形した。

【0027】この成形体を窒素中で1800~1900℃の温度で3~5時間焼成して相対密度が99%以上の窒化アルミニウム質焼結体を得た。なお、Ca量の調整のためにCaCO₃粉末を用いて適宜焼結体中のCa量を制御した。

【0028】得られた焼結体に対してICP発光分光分析法によりAl以外の金属量を測定するとともに、焼結

体の熱伝導率をレーザーフラッシュ法により室温で3mmの厚みの試料にて測定した。

【0029】(酸、アルカリ試験)さらに、これらの焼結体を濃度4N、温度70℃のNaOH水溶液中に1時間浸漬し、試験前後の重量変化を調べた。

【0030】なお、表中、本発明品である試料No.1、7と、Ca量が本発明の範囲より多い試料No.4については、上記試験において室温でおこなった場合の浸漬時間に対する重量変化を図2に示した。さらに同様に1Nの濃度におけるH₂PO₄水溶液(室温)、また40%の濃度のHF水溶液(室温)についても浸漬時間に対する重量変化を図3および図4に示した。

*

*【0031】(温湿度サイクル試験)窒化アルミニウム焼結体の表面にW層20μm、Ni層4μm、およびAu層2μmを形成した基板の配線に10Vのバイアスを印加した状態で-10℃～+60℃間で10サイクル試験を行い、試験終了後の配線層におけるNiコロージョンの有無について評価した。

【0032】(Heリーク試験)本発明の窒化アルミニウム質基板を用いて作成されたパッケージを60psigに加圧したHe雰囲気2時間保持後、パッケージのキャピティ内の元素量を測定した。

【0033】

【表1】

試料 No.	基板組成(重量%)			熱伝導率 (W/mk)	NaOH 重量変化 (mg/cm ²)	Heリーク試験 (atm cc/sec)	温湿度サイクル試験
	RE ₂ O ₃	その他	CaO(ppm)				
1	Er ₂ O ₃	10 MoO ₃	0.5	100	4.8	> 1 × 10 ⁻⁶	無し
2	"	"	200	120	5.3	> 1 × 10 ⁻⁶	無し
* 3	"	"	500	150	18.3	4 × 10 ⁻⁷	無し
* 4	"	"	1000	120	20.2	8 × 10 ⁻⁷	有り
* 5	"	20	200	100	25.1	8 × 10 ⁻⁷	有り
6	"	15	200	140	7.2	> 1 × 10 ⁻⁶	無し
7	"	10	200	145	6.8	> 1 × 10 ⁻⁶	無し
8	"	5	200	152	7.0	> 1 × 10 ⁻⁶	無し
9	"	1	200	147	7.8	> 1 × 10 ⁻⁶	無し
10	"	0.5	200	131	8.6	> 1 × 10 ⁻⁶	無し
* 11	"	0.1	200	80	18.2	4 × 10 ⁻⁷	無し

*印を付した番号の試料は本発明の請求範囲外のものである。

【0034】

【表2】

試料 No.	基板組成 (重量%)				熱伝導率 (W/m k)	NaOH 重量変化率 (mg/cm ²)	He ⁺ 試験 (atm cc/sec)	湿度試験	
	RE ₂ O ₃	その他		CaO(ppm)					
12	Y ₂ O ₃	10	MoO ₃	0.5	200	173	7.2	> 1 × 10 ⁻⁸	無し
13	Yb ₂ O ₃	10	MoO ₃	0.5	200	156	11.1	> 1 × 10 ⁻⁸	無し
14	Ho ₂ O ₃	10	V ₂ O ₅	0.5	200	148	12.0	> 1 × 10 ⁻⁸	無し
15	Dy ₂ O ₃	10	Nb ₂ O ₅	0.5	200	153	10.1	> 1 × 10 ⁻⁸	無し
16	Er ₂ O ₃	10	WO ₃	0.5	200	164	5.6	> 1 × 10 ⁻⁸	無し
17	Er ₂ O ₃	10	TiO ₂	0.5	200	150	6.2	> 1 × 10 ⁻⁸	無し

【0035】表1、表2および図2乃至図4によれば、Ca量が300ppmを越えると耐薬品性が大きく低下することがわかる。また、周期律表第3a族元素量が本発明の範囲外の試料No.5、11では、熱伝導率が低下した。

【0036】これに対して本発明の試料はいずれも130W/m・k以上の高い熱伝導率を有しつつ高い耐薬品性、耐水性を示した。

【0037】

【発明の効果】以上、詳述した通り、本発明の窒化アルミニウム質基板によれば、基板中に周期律表第3a族元素化合物を所定を含むとともに、Ca量を所定量以下に制御することにより、耐水性が向上するとともに、NaOH、HF、HCl、H₂PO₄などの酸、アルカリに対して高い耐薬品性を付与することができるために、例えば基板上にメッキ処理を行う際のアルカリによる前処理、あるいは薄膜法により金属配線層を形成する際のエ

*ッチングなどをおこなっても窒化アルミニウム質基板が浸食されることがなく、半導体素子を収納するパッケージなどの半導体部品としての信頼性を高めることができる。

20 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の窒化アルミニウム質基板の一実施例の断面図である。

【図2】NaOH水溶液中の浸漬時間と試料の重量変化との関係を示す図である。

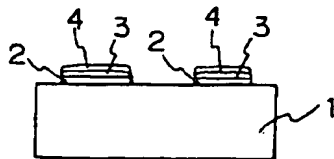
【図3】H₂PO₄水溶液中の浸漬時間と試料の重量変化との関係を示す図である。

【図4】HF水溶液中の浸漬時間と試料の重量変化との関係を示す図である。

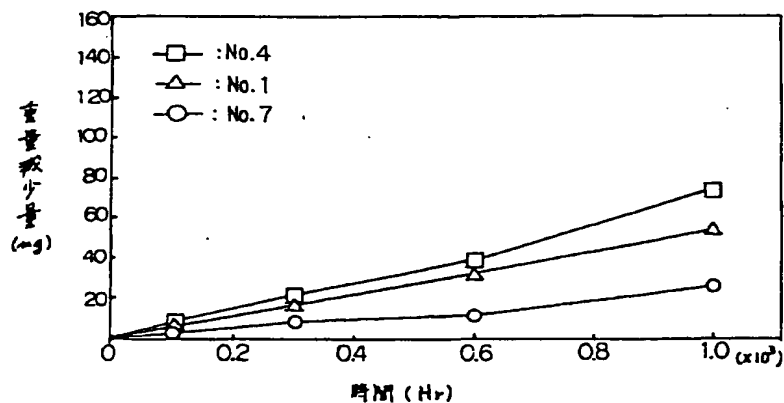
【符号の説明】

- 1 基板
- 2 金属配線層
- 3、4 メッキ層

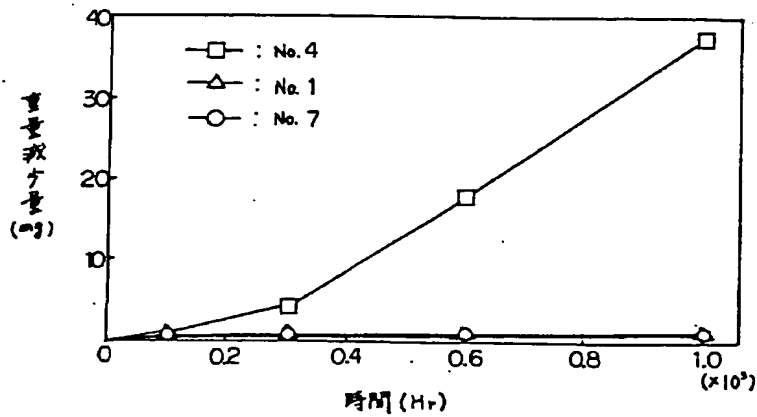
【図1】



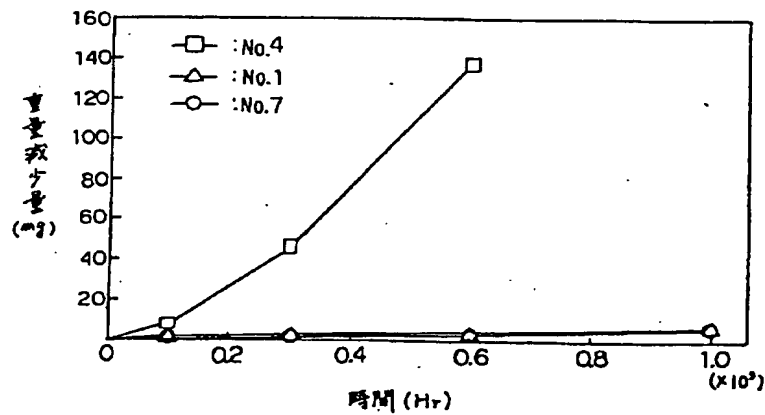
【図2】



【図3】



【図4】



【手続補正書】

【提出日】平成4年8月21日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】窒化アルミニウムを主成分とし、周期律表第3a族元素を酸化物換算で0.5～15重量%の割合で含有する窒化アルミニウム質焼結体であって、該焼結体中に含まれるCa量が300ppm以下であることを特徴とする窒化アルミニウム質基板。